



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA

⑪ Número de publicación: **2 359 054**

⑫ Número de solicitud: 200803269

⑬ Int. Cl.:

H05H 1/46 (2006.01)

B01J 19/18 (2006.01)

B01J 19/08 (2006.01)

B05C 3/109 (2006.01)

⑫

SOLICITUD DE PATENTE

A1

⑫ Fecha de presentación: **17.11.2008**

⑬ Fecha de publicación de la solicitud: **18.05.2011**

⑭ Fecha de publicación del folleto de la solicitud:
18.05.2011

⑰ Solicitante/s: **Consejo Superior de Investigaciones Científicas (CSIC)** (Titular al 67 %)
c/ Serrano, 117
28006 Madrid, ES
Universidad de Barcelona (Titular al 33 %)

⑱ Inventor/es: **Erra Serrabassa, Pilar;**
Molina Mansilla, Ricardo y
Bertran Serra, Enric

⑲ Agente: **Pons Ariño, Ángel**

⑳ Título: **Reactor de plasma.**

㉑ Resumen:

Reactor de plasma.

Se trata de un reactor de plasma que puede trabajar en un amplio rango de presión, desde el vacío y presiones reducidas hasta la presión atmosférica y presiones superiores. Adicionalmente el reactor de plasma tiene la capacidad de regular otros parámetros importantes y permite su uso para el tratamiento de muestras de tipología muy diversa, como por ejemplo las de tamaño relativamente grande o de superficie rugosa.

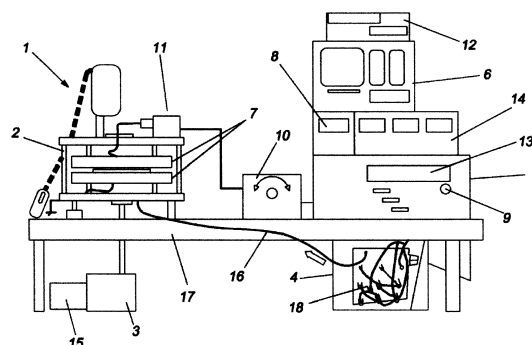


FIG. 1

ES 2 359 054 A1

DESCRIPCIÓN

Reactor de plasma.

Objeto de la invención

El objeto principal de la presente invención es un reactor de plasma versátil, en configuración de descarga, con barrera dieléctrica para tratamientos a presión regulable, desde el vacío y presiones reducidas hasta la presión atmosférica y presiones superiores.

Antecedentes de la invención

En los campos de la física y la química, se denomina plasma a un gas constituido por partículas cargadas y neutras (tales como electrones, iones y radicales libres) y cuya dinámica presenta efectos colectivos dominados por las interacciones electromagnéticas entre las mismas. Con frecuencia se habla del plasma como un estado de agregación de la materia con características propias, diferenciándolo de este modo del estado gaseoso, en el que no existen efectos colectivos importantes.

Las aplicaciones del plasma son muy variadas y también ampliamente divulgadas. En la patente estadounidense 514,170 ("Incandescent Electric Light", 6 de febrero de 1894), Nikola Tesla describe una lámpara de plasma. Esta patente es de una de las primeras lámparas de alta intensidad. Tesla tomó un tipo de esfera incandescente con el elemento conductor suspendido y le aplicó alto voltaje, creando así la descarga. Más tarde, Tesla llamaría a su invención "Inert Gas Discharge Tube".

En la actualidad se pueden encontrar multitud de reactores de plasma que pueden ser utilizados para funciones muy variadas. Entre ellos se pueden encontrar los reactores de plasma de corona, que podrían suponer una alternativa al reactor de plasma objeto de esta invención en determinadas aplicaciones; si bien el reactor de plasma objeto de esta invención supone una mejora sobre éstos ya que permite trabajar con materiales rugosos tales como los textiles tricotados, para los cuales los reactores de corona no son de aplicación.

Descripción de la invención

El reactor de plasma objeto de esta invención está concebido para su posible utilización en todo tipo de materiales. Se puede usar ventajosamente para el tratamiento de materiales porosos o rugosos, y también se puede usar ventajosamente con materiales en los que la aplicación del vacío supone un inconveniente o no es factible. Una de las características especiales del generador de plasma que se describe en este documento es su capacidad para trabajar en un amplio rango de presión, de forma regulable, yendo desde el vacío a presiones superiores a la atmosférica o superiores.

El reactor también es capaz de trabajar en un amplio rango de frecuencia, entre 4 kHz y 100 kHz, dada la incorporación del generador de funciones, permitiendo trabajar a mayor frecuencia incluso, dado que el amplificador continua siendo lineal por encima de los 100 kHz.

El reactor de plasma descrito en este documento dispone de un sistema de gestión de gases constituido por tres líneas de gas independientes. Cada una de ellas dispone de un controlador de flujo másico (conectado a una central con fuente de alimentación y controles, para introducción manual de las consignas y lecturas de los flujos) que puede conectarse a un ordenador vía conectar serie o RS-232, tres válvulas neu-

máticas pilotadas a través de una interfaz con conector serie o RS232 al ordenador, y un programa informático para el control del sistema.

A su vez el sistema comprende o puede comprender varios medidores de presión con lectura de la presión en diferentes puntos, como por ejemplo uno en la cámara o reactor de plasma (sensor de presión con rango de 1 mbar a 2 bar) y otro sensor de presión, como por ejemplo uno del tipo Pirani, con sensibilidad de 10^{-3} mbar a 100 mbar, situado en la línea de aspiración (vacío primario) conectada a la bomba mecánica.

Otra de las características diferenciadoras del reactor de plasma que se describe en este documento es la posibilidad que ofrece de poder regular la distancia entre electrodos durante la reacción.

En función del gas o gases empleados y de las condiciones de trabajo que se apliquen, tales como presión, potencia o distancia entre electrodos, se generan plasmas con distintas propiedades. Por lo tanto se pueden obtener resultados diferentes con los plasmas generados, permitiendo distintos y variados tratamientos que se darían al material al variar dichas condiciones de trabajo. Entre otros usos que puede tener el reactor, se podrían incorporar átomos o grupos químicos distintos al material, también se podría eliminar o absorber material superficial, otra posibilidad sería la utilización del plasma en procesos de polimerización, y también puede ser útil para procesos de catálisis de reacciones entre compuestos presentes en el material; por lo tanto ofrece una gran variedad de aplicaciones, todo ello de forma regulable.

El reactor de plasma que se describe en este documento está diseñado para su utilización en aplicaciones industriales basadas en tratamientos superficiales de materiales y sus estructuras nanométricas sin modificar las propiedades internas de los mismos. Las modificaciones inducidas en la superficie de un material pueden tener entre otras aplicaciones la funcionalización de materiales tanto orgánicos como inorgánicos (control de las propiedades superficiales de adhesión, hidrofilia/hidrofobicidad, generación de nuevos grupos químicos o reactivos). A su vez el reactor de plasma descrito en este documento puede ser utilizado para la eliminación de compuestos, como por ejemplo en la degradación de capas superficiales o la eliminación de impurezas superficiales, lo cual lo hace especialmente útil para la eliminación o inactivación de sustancias u organismos patógenos como virus, bacterias, etc.

Al haber sido diseñado como un reactor versátil, el reactor objeto de la invención permite operar también a presión reducida utilizando una gran variedad de gases para generar plasma, entre ellos por ejemplo el vapor de agua, que es barato, inocuo y además requiere poca agua para el tratamiento. Todo el sistema está controlado por ordenador, de forma que cuando se trabaja con una mezcla de gases por ejemplo, es posible modificar la proporción de dichos gases, como por ejemplo de helio con respecto al gas residual o reactivo, pudiendo producir un plasma homogéneo o filamentosos (de tipo corona) según se necesite. Finalmente en el diseño del reactor también se tuvo en cuenta la incorporación de sistemas de medición que permiten realizar medidas de la composición del gas de plasma mediante técnicas fotométricas (OES), tanto antes como durante el proceso.

Descripción de los dibujos

Para completar la descripción de esta invención y con objeto de ayudar a una mejor comprensión de sus características, de acuerdo con un ejemplo preferente de realización práctica de la misma, se acompaña como parte integrante de dicha descripción, un dibujo en donde con carácter ilustrativo y no limitativo, se ha representado lo siguiente:

Figura 1.- Muestra una vista esquemática general de todos los componentes del reactor.

Figura 2.- Muestra el resultado de la formación de grupos hidrófilos obtenidos mediante el tratamiento con el reactor.

Figura 3.- Muestra el resultado de la oxidación superficial obtenida mediante el tratamiento con el reactor.

Ejemplo de realización de la invención

Tal y como se ha detallado en la descripción del reactor de plasma (1) objeto de la invención, éste puede ser utilizado para varias aplicaciones, como por ejemplo la esterilización así como la funcionalización de materiales. En el presente ejemplo de realización se describe el tratamiento con plasma de unas muestras monolíticas poliméricas, con un tiempo de tratamiento de 40 segundos. Para ello, tal como se aprecia en la figura 1, se introduce la muestra a tratar dentro de la cámara de reacción (2), y en este caso concreto la muestra consiste en bloques o monolitos de poliestireno-divinilbenceno (PS-DVB).

Una vez colocada la muestra a tratar entre dos electrodos (7) planos circulares se procede al ajuste de todos los elementos del sistema según los parámetros designados previamente para este tratamiento. Para la realización de este tratamiento se establece una distancia de trabajo de 1 cm entre los electrodos.

Para ello se ajusta el sistema de gestión de gases (4) mediante el cual se acciona el control de flujo de gases (16) encargado de controlar la mezcla de gases que entran en la cámara de reacción (2), un sistema de válvulas neumáticas (17) se encarga de permitir la entrada de los gases y mediante unos medios de gestión de gases (18) se regulan las condiciones deseadas para la mezcla de He y aire residual. Los parámetros de trabajo se miden mediante un sistema de medida (6) que está formado por un medidor de potencia (13) encargado de captar los datos referidos a la potencia utilizada para ajustarla si fuera necesario, un medidor de flujo másico (14) encargado de medir los flujos de masa de los gases, un segundo medidor de presión (15) conectado a la bomba mecánica (3). El reactor hace un uso combinado de un primer medidor de presión (8) ubicado en la cámara de reacción (2) y un segundo medidor de presión (15) conectado a la bomba mecánica (3) encargada del bombeo de gases.

El sistema de potencia (5) y el generador externo de señal (12) se ajustan a 30 W, la frecuencia de trabajo se establece en 9 kHz; estos datos son verificados mediante unos instrumentos de medida (6) que van combinados con los diferentes sensores. Para ello se conecta el reactor a una fuente alimentación (9), ésta va conectada a los electrodos (7) mediante un circuito adaptador (10), el sistema se completa con una etapa de alta tensión (11) y un generador externo de señal (12).

Una vez configurado todo el sistema se procede a tratar la muestra durante 40 segundos, al final del tratamiento se comprueba el cambio en el material que pasa de ser hidrófugo a ser hidrófilo, tal y como se muestra en las figuras 2 y 3.

REIVINDICACIONES

1. Reactor de plasma (1) que comprende:

- una cámara de reacción (2) que dispone de al menos dos electrodos (7),
- una bomba mecánica (3) encargada del bombeo de gases hacia la cámara de reacción (2),
- un sistema de potencia (5) encargado de proporcionar energía al reactor,

caracterizado porque adicionalmente comprende:

- un sistema de gestión de gases (4) encargado de medir y controlar el flujo de gases,
- unos instrumentos de medida (6) encargados de la adquisición de datos para el control del reactor durante la reacción.

2. Reactor de plasma (1) según reivindicación 1 **caracterizado** porque la distancia entre electrodos (7) es regulable durante la reacción.

3. Reactor de plasma (1) según reivindicación 1 **caracterizado** porque la bomba mecánica (3) es de doble etapa y es regulable.

4. Reactor de plasma (1) según reivindicación 1 ó 3 **caracterizado** porque la bomba mecánica (3) comprende adicionalmente un primer medidor de presión (8).

5. Reactor de plasma (1) según reivindicación 1 **caracterizado** porque el sistema de gestión de gases (4) comprende adicionalmente:

- un control de flujo de gases (16) encargado de controlar la proporción de gases que entran en la cámara (cilíndrica) (2),
- un sistema de válvulas neumáticas (17), que controlan la entrada de gases
- medios de gestión de gases (18) que permiten la selección de los gases a utilizar.

6. Reactor de plasma (1) según reivindicación 1 **caracterizado** porque el sistema de potencia (5) comprende:

- una fuente alimentación (9) encargada de alimentar el reactor,
- un circuito adaptador (10) de impedancias ajustable,
- una etapa de alta tensión (11),
- un generador externo de señal (12) para señales moduladas o pulsadas.

7. Reactor de plasma (1) según reivindicación 1 **caracterizado** porque los instrumentos de medida (6) comprenden:

- un medidor de potencia (13) encargado de captar los datos referidos a la potencia utilizada para ajustaría si fuera necesario,
- un medidor de flujo másico (14) encargado de medir los flujos de masa de los gases,
- un segundo medidor de presión (15) conectado a la bomba mecánica (3).

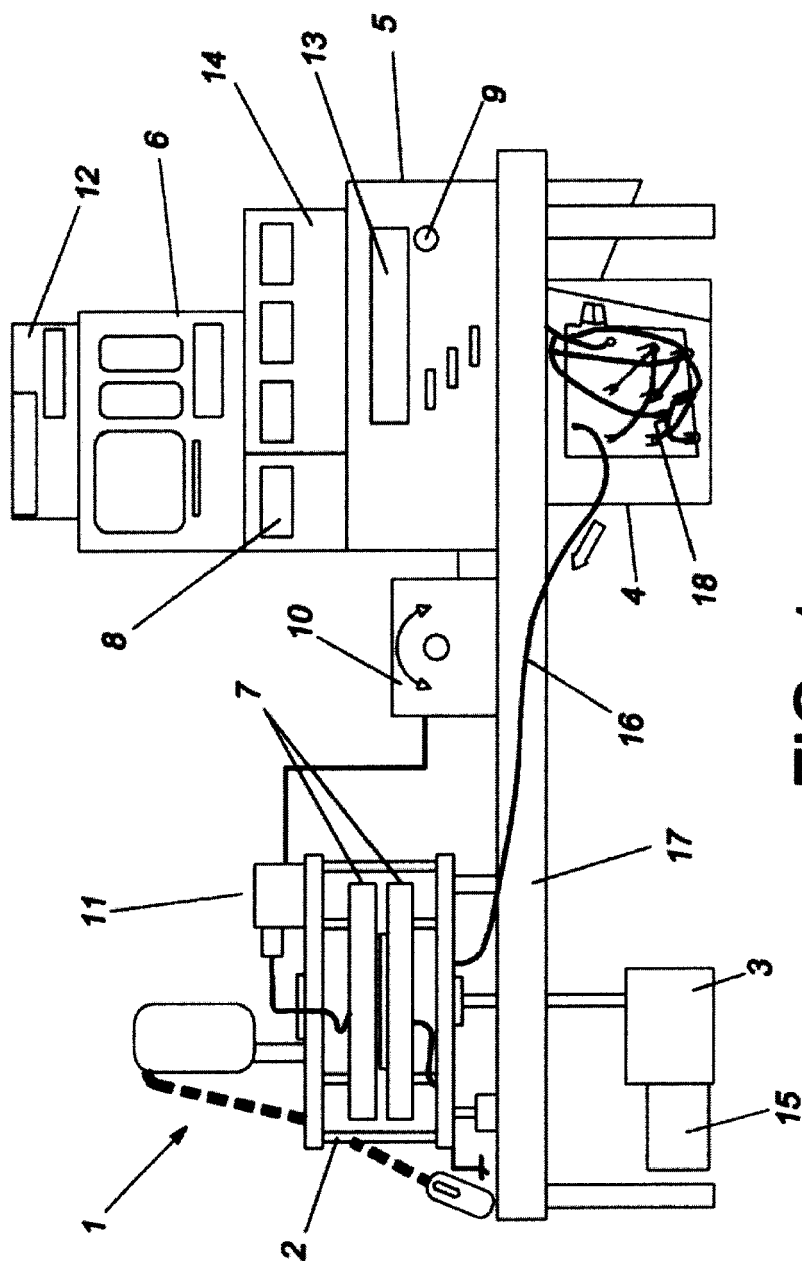


FIG. 1

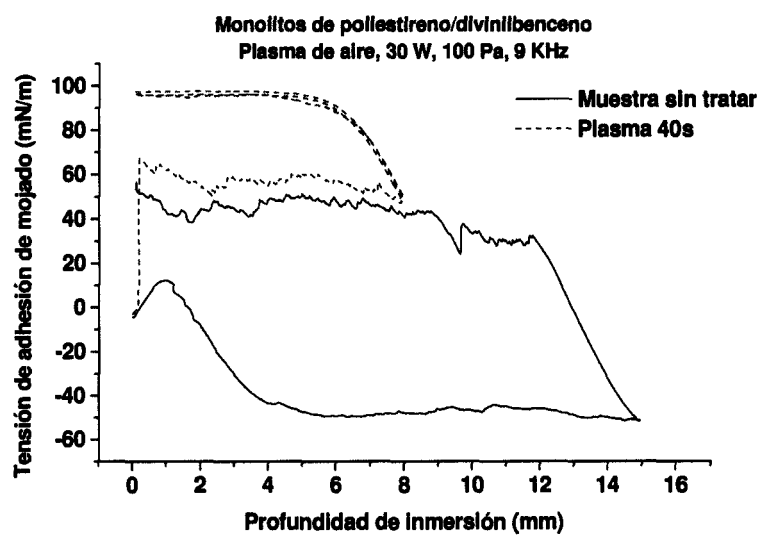


FIG. 2

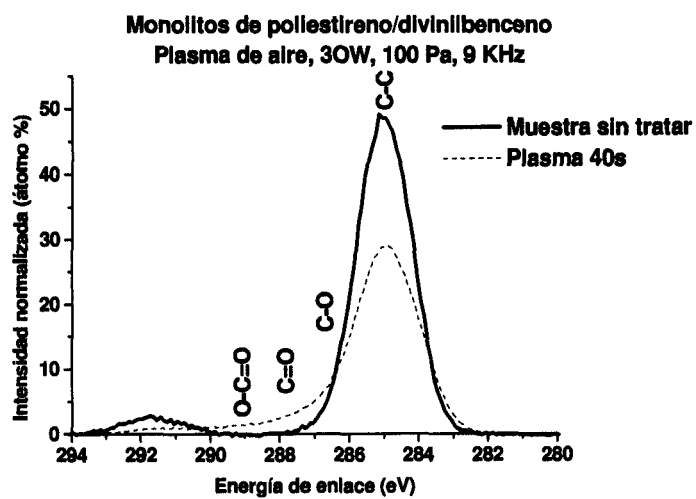


FIG. 3



OFICINA ESPAÑOLA
DE PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA

②① N.º solicitud: 200803269

②② Fecha de presentación de la solicitud: 17.11.2008

③② Fecha de prioridad:

INFORME SOBRE EL ESTADO DE LA TECNICA

⑤① Int. Cl.: Ver Hoja Adicional

DOCUMENTOS RELEVANTES

Categoría	Documentos citados	Reivindicaciones afectadas
X	US 20080236490 A1 (PATERSON, A. et al.) 02.10.2008, resumen; párrafos [0005]-[0006],[0038]-[0040],[0048],[0052]-[0061],[0069]-[0071]; figuras 1A,1B.	1-7
X	US 20030038111 A1 (CARDUCCI, J. et al.) 27.02.2003, resumen; párrafos [0013]-[0014],[0054]-[0062],[0066],[0069],[0101]-[0120]; figuras 1,2.	1-7
X	US 4891087 (DAVIS, C. et al.) 02.01.1990, todo el documento.	1,3-7
X	WO 2008125969 A2 (LAPIDEI NANTECH S.R.L.) 23.10.2008, todo el documento.	1,3-7
X	US 5585012 A (WU, R. et al.) 17.12.1996, todo el documento.	1,3-7
A	EP 0892422 A2 (APPLIED MATERIALS INC.) 20.01.1999, todo el documento.	1-7
A	JP 11350147 A (CANON KK) 21.12.1999, todo el documento.	1,3-7
A	JP 61030040 A (ANELVA CORP.) 12.02.1986, todo el documento.	1,3-7

Categoría de los documentos citados

X: de particular relevancia

Y: de particular relevancia combinado con otro/s de la misma categoría

A: refleja el estado de la técnica

O: referido a divulgación no escrita

P: publicado entre la fecha de prioridad y la de presentación de la solicitud

E: documento anterior, pero publicado después de la fecha de presentación de la solicitud

El presente informe ha sido realizado

☒ para todas las reivindicaciones

☐ para las reivindicaciones nº:

Fecha de realización del informe
05.05.2011

Examinador
Ó. González Peñalba

Página
1/4

CLASIFICACIÓN OBJETO DE LA SOLICITUD

H05H1/46 (2006.01)

B01J19/18 (2006.01)

B01J19/08 (2006.01)

B05C3/109 (2006.01)

Documentación mínima buscada (sistema de clasificación seguido de los símbolos de clasificación)

H05H, B01J, B05C, C23C

Bases de datos electrónicas consultadas durante la búsqueda (nombre de la base de datos y, si es posible, términos de búsqueda utilizados)

INVENES, EPODOC, WPI, INSPEC

Fecha de Realización de la Opinión Escrita: 05.05.2011

Declaración

Novedad (Art. 6.1 LP 11/1986)

Reivindicaciones 1-7
Reivindicaciones

SI
NO

Actividad inventiva (Art. 8.1 LP11/1986)

Reivindicaciones
Reivindicaciones 1-7

SI
NO

Se considera que la solicitud cumple con el requisito de aplicación industrial. Este requisito fue evaluado durante la fase de examen formal y técnico de la solicitud (Artículo 31.2 Ley 11/1986).

Base de la Opinión.-

La presente opinión se ha realizado sobre la base de la solicitud de patente tal y como se publica.

Consideraciones:

La presente Solicitud se refiere, en su primera reivindicación, a un reactor de plasma que comprende una cámara de reacción con al menos dos electrodos, una bomba mecánica, encargada del bombeo de gases hacia la cámara de reacción, un sistema de potencia, encargado de proporcionar energía al reactor, y, además, un sistema de gestión o regulación de gases, encargado de medir y controlar el flujo de los gases, y unos instrumentos de medida, encargados de la captación de datos para el control del reactor durante la reacción.

Las siguientes reivindicaciones especifican y detallan los diversos componentes y sistemas del reactor recogidos en la reivindicación primera. Así, las reivindicaciones 2 a 4 se refieren a los electrodos y a la bomba mecánica, y las reivindicaciones 5 a 7 especifican los componentes y partes constitutivas, respectivamente, del sistema de gestión de gases, del sistema de potencia y de los instrumentos de medida.

1. Documentos considerados.-

A continuación se relacionan los documentos pertenecientes al estado de la técnica tomados en consideración para la realización de esta opinión.

Documento	Número Publicación o Identificación	Fecha Publicación
D01	US 20080236490 A1 (PATERSON, A. et al.)	02.10.2008

2. Declaración motivada según los artículos 29.6 y 29.7 del Reglamento de ejecución de la Ley 11/1986, de 20 de marzo, de Patentes sobre la novedad y la actividad inventiva; citas y explicaciones en apoyo de esta declaración

En cuanto a la primera reivindicación, se considera que la invención en ella definida carece de actividad inventiva por poder ser deducida del estado de la técnica de una forma evidente por un experto en la materia. En efecto, considerando el documento D01, citado en el Informe sobre el Estado de la Técnica (IET) con la categoría X para todas las reivindicaciones, como el estado de la técnica más próximo al objeto de esta primera reivindicación, se describe en él un reactor de plasma que consta esencialmente de los mismos elementos en ella recogidos, a excepción de la bomba mecánica para el bombeo de gases a la cámara de reacción, y los instrumentos de medida, a los que no se alude. Ahora bien, aun sin hacer mención expresa de estos componentes en D01, se trata de elementos sobradamente conocidos y de uso generalizado en cualquier tipo de proceso industrial de tratamiento con gases, a los que se recurrirá de un modo evidente para resolver los problemas secundarios ya conocidos inherentes al proceso, como la impulsión de los gases y el control de su flujo, la medida de datos como la presión o la temperatura en la cámara del reactor... No se aportan, por lo demás, en la presente invención características diferenciadoras que permitan distinguir tales elementos o sistemas de los ya conocidos a los que recurriría el experto de la técnica, enfrentado a estos problemas típicos de todo proceso industrial y, en especial, del tratamiento con gases en un reactor de plasma. Puede afirmarse, en consecuencia, que la aplicación de dichos elementos o sistemas accesorios en el reactor de la presente Solicitud, o en el de D01, constituye una mera yuxtaposición de elementos conocidos actuando de un modo conocido para producir los fines que de ellos se esperan, sin que de esta combinación se obtenga ningún efecto sorprendente o imprevisto.

También se anticipa en D01 la capacidad de regulación de la distancia entre electrodos recogida en la reivindicación 2 (dispositivo elevador 105 del electrodo que soporta la pieza de trabajo -Figura 1A), y, en cuanto a la bomba de impulsión de gases de las reivindicaciones 3 y 4, puede hacerse un razonamiento similar al anterior con respecto a las características que en ellas se detallan: las bombas mecánicas de doble etapa regulables son ya conocidas y de aplicación evidente en la inyección de gases en una cámara de reacción, y tampoco puede considerarse inventiva la incorporación de un medidor de presión, que soluciona, de un modo conocido, el problema ya conocido de determinar la presión con que se están aportando los gases.

Otro tanto cabe decir, en fin, de los sistemas accesorios que se detallan en las reivindicaciones 5 a 7. Todos ellos constituyen una compilación más o menos exhaustiva de elementos coadyuvantes en el proceso objeto de la invención, pero que no resuelven el problema esencial en ella planteado, sino problemas accesorios ya resueltos en el estado de la técnica de la misma manera. Es evidente que en un sistema en que se inyectan varios gases en una cámara, deberá existir algún modo de regular la proporción y el flujo de estos gases, y las válvulas que lo controlen serán, por definición, neumáticas. La alimentación energética del sistema implicará también, necesariamente, una fuente de alimentación, una etapa de alta tensión (la generación de plasma así lo requiere) y un generador de señales pulsantes (en D01 se aprecian varios diferentes: de HF, de VHF..., además de varios circuitos de adaptación de impedancias (120a, 120b, 125, 136)). Por último, son también conocidos, y de aplicación obvia, los medidores de potencia, flujo y presión recogidos en la reivindicación 7.

Puede afirmarse, en conclusión, que la presente invención, en todas sus reivindicaciones, carece de actividad inventiva con respecto al documento D01 según el Artículo 8 de la LP.